Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 53 (1962)

Heft: 2

Artikel: Dosage de l'acide Ethylène-diamine-tétracétique (EDTA) dans les

denrées, dans les vins notamment

Autor: Vogel, J. / Deshusses, J.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982556

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 11.12.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

59 Corner M., Analyst 84, 41 (1959).

60 Dirscherl A., Erne F., Mikrochim. acta (1960), 775.

61 Kremsbrucker H., Sci. Pharm. (Wien) 27, 294 (1959).

62 Snell F. D., Snell C. T., Colorimetric Methods of Analysis. 3. Edition, Van Nostrand Comp. Inc., Vol. II, P. 630, Vol. II A, P. 548.

Boltz D. F., Colorimetric Determination of Nonmetals. Chemical Analysis Vol. VIII.

Intersc. Publ. N Y - London.

64 Methodenbuch, Bd. 1, Neumann Verlag Radebeul-Berlin. S. 91, 173 (1955).

65 Rockstein M., Herron P. W., Anal. Chem. 23, 1500 (1951).

66 Bell R. D., Doisy E. A., J. Biol. Chem. 44, 55 (1920).
67 Fiske C. H., Subbarow Y., J. Biol. Chem. 66, 375 (1925).

68 Berenblum J., Chain E., Biochem. J. 32, 295 (1938).

69 Chen P. S. Jr., Toribara T. Y., Warner H., Analyt. Chem. 28, 1756 (1956).

70 Lowry O. H., Roberts N. R., Leiner K. Y., Wu M. L., Farr A. L., J. Biol. Chem. 207, 1 (1954).

Ammon R., Hinsberg K., Z. physiol. Chem. 239, 207 (1936).

Martin J. B., Doty D. M., Anal. Chem. 21, 965 (1949).

Jean M., Anal. chim. acta 14, 172 (1956).

74 Taussky H. A., Shorr E., J. Biol. Chem. 202, 675 (1953). 75 Lowry O. H., Lopez J. A., J. Biol. Chem. 162, 421 (1946).

76 Field K., Laws E. Q., Analyst 82, 667 (1957).

Sims R. P. A., Analyst 86, 584 (1961).

78 Soep H., J. of Chromatography 6, 122 (1961).

Dosage de l'acide Ethylène-diamine-tétracétique (EDTA)

dans les denrées, dans les vins notamment

Par I. Vogel et I. Deshusses

(Laboratoire cantonal de chimie, Genève)

Les propriétés chélatrices de l'acide éthylène-diamine-tétracétique (EDTA), bien connues des chimistes analystes, ont récemment attiré l'attention des techniciens sur l'emploi possible de cet acide dans l'industrie des denrées alimentaires.

Les études publiées jusqu'ici montrent que les réactions indésirables provoquées dans certaines denrées par des traces de métaux (de fer et de cuivre en particulier) peuvent être freinées efficacement par une addition d'EDTA. C'est ainsi qu'un mélange d'EDTA et d'acide sorbique permettrait de stabiliser les mayonnaises et les sauces pour les salades, que l'action des antioxydants serait renforcée par la présence d'EDTA, que le noircissement des pommes de terre serait supprimé durant leur traitement industriel par un mélange de bisulfite de sodium et d'EDTA et que l'addition d'EDTA aux vins permettrait de supprimer les «casses» si redoutées des vignerons 1.

L'Ordonnance réglant le commerce des denrées alimentaires, du 26 mai 1936, ne mentionne pas l'EDTA parmi les substances chimiques dont l'emploi est licite pour conserver ou stabiliser les denrées alimentaires. En conséquence, serait supprimé durant leur traitement industriel par un mélange de bisulfite de sodium et d'EDTA et que l'addition d'EDTA aux vins permettrait de supprimer les «casses» si redoutées des vignerons ¹.

Après avoir étudié les méthodes de Séris et de Lambez et collaborateurs, nous avons adopté le nitrate de cobalt, proposé par Séris, comme réactif de l'EDTA, la polyvinylpyrrolidone, proposée par Lambez, pour décolorer les liquides et mis au point la méthode suivante:

Recherche et dosage de l'EDTA dans les vins

Principe de la méthode

Le vin est d'abord additionné de chlorure de baryum puis il est décoloré, dans des conditions déterminées, avec de la polyvinylpyrrolidone. La solution claire est additionnée de nitrate de cobalt avec lequel l'EDTA forme du chélate de cobalt (II) qu'on transforme en chélate de cobalt (III) au moyen de perhydrol. Le chélate de cobalt (III) colore la solution en rose, ce qui permet un dosage colorimétrique de l'EDTA.

Bibliographie

G. Séris, Ann. Fals. 47, p. 29 (1954). Y. Lambez, J. Storck et B. Terlain, Ann. Pharm. Franç. 18, 285 (1960).

Réactifs

Ammoniaque 6-n
Acide sulfurique 10-n
Solution de chlorure de baryum 10 %
Solution de nitrate de cobalt 1 %
Solution saturée de sulfate d'ammonium
Polyvinylpyrrolidone (Polyvidone) à 25 %
Perhydrol 30 %

Mode opératoire

Filtrer le vin s'il présente un trouble. Introduire 50 ml de vin dans un petit becher. Evaporer sur bain-marie jusqu'au volume de 15 ml. Transvaser le liquide dans un tube à centrifuger en portant le volume à 20 ml environ avec l'eau de rinçage. Ajouter 2 ml d'ammoniaque 6-n et 2 ml de chlorure de baryum à 10 %. Mélanger et laisser au repos une nuit après avoir bouché le tube.

Centrifuger pendant 5 minutes à 4000 t/m. Décanter le liquide sur un papier filtre dans un erlenmeyer à bouchon rôdé. Ajouter à la solution 2 ml d'acide sulfurique 10-n, 8 ml de la solution de polyvidone à 25 % et 30 ml de la solution saturée de sulfate d'ammoniaque.

Agiter l'erlenmeyer énergiquement pendant une à deux minutes. Transvaser la solution dans un tube à centrifuge. Centrifuger pendant 5 minutes à 4000 t/m. Décanter à travers un filtre dans un becher.

Si la solution n'est pas acide (pH 2 à 3), ajouter un peu d'acide acétique glacial jusqu'à acidité convenable. Introduire dans la solution 1 ml de nitrate de cobalt à 1 %. Placer le becher durant 15 minutes sur un bain-marie pour former le chélate de cobalt (II).

Refroidir à 40° puis ajouter 2,5 ml de perhydrol à 30 %. Porter à l'ébulliton quelques instants. Le cobalt passe à la valence III et une coloration rose se produit. La coloration atteint son maximum après retour à la température ambiante. Elle est stable durant plus de 12 heures et suit la loi de Lambert-Beer.

A ce stade des opérations, on peut déceler avec certitude 10 mg d'EDTA par litre de vin en comparant la teinte avec un essai à blanc dont la coloration légèrement jaune contraste nettement avec celle que présente la solution de vin contenant l'EDTA.

Si la réaction n'est pas nettement positive ou si l'on veut doser l'EDTA,

procéder de la façon suivante:

Evaporer la solution sur un bain-marie jusqu'à obtention d'un volume de 20 ml (une partie de ce volume est constituée par des cristaux de sulfate d'ammonium). Transvaser le tout dans un tube à centrifuger. Centrifuger pendant 10 minutes à 6000 t/m. Filtrer la solution sur un filtre à filtration lente.

A ce stade des opérations, ont peut déceler à l'œil la présence de 5 mg

d'EDTA par litre de vin.

Porter la solution au volume de 5 ml, utiliser une cuve de 1 cm et mesurer la densité optique à 530 mµ en comparant avec un essai à blanc. Calculer la concentration de l'EDTA soit par étalonnage interne soit au moyen d'une courbe d'étalonnage faite dans les mêmes conditions. Sensibilité limite de la méthode: 2 ppm.

Dosage de l'EDTA dans les jus de fruits

Le procédé de dépigmentation et de purification décrit pour le vin ne convient pas pour les jus de fruits. Il faut utiliser, à la place de la polyvidone, du charbon adsorbant granulé et procéder de la façon suivante:

Mesurer 20 ml de jus, ajouter une pointe de spatule (0,25 g) de charbon adsorbant granulé, brasser puis laisser en contact pendant 1 heure, filtrer sur papier à filtration lente.

Rechercher l'EDTA dans le filtrat par la méthode décrite pour le vin.

Résultats des analyses de vins, jus de pomme et de conserves de légumes prélevés dans le commerce

Nous n'avons décelé l'EDTA dans aucun des échantillons de vins et de jus de pomme prélevés dans le commerce genevois.

Nous avons étendu notre méthode à la recherche de l'EDTA dans les conserves de légumes et constaté l'absence de l'EDTA dans les poudres de pomme de terre et dans les conserves de légumes blanchis (cardon, artichaut, scorsonère).

Résumé

Nous avons mis au point une méthode de recherche et de dosage de l'EDTA dans les denrées alimentaires.

Cette méthode consiste à former le chélate de cobalt III qui teinte le milieu en rose, ce qui permet un dosage colorimétrique, après décoloration du vin par la polyvinyl-pyrrolidone et les jus de fruits par du charbon adsorbant granulé dans des conditions bien déterminées.

1 H. L. Aamoth et F. J. Butt: Maintening food quality with chelating agents. Annals N.Y. Acad. of Sc. 1960, p. 526.

S. W. Souci et E. Mergenthaler: Fremdstoffe in Lebensmitteln, Munich, 1958.

Summary

Description of a method of detection and determination of EDTA in foodstuffs. Principle: formation of the rose-coloured cobalt III chelate, which is determined colorimetrically after decolorization of wines with polyvinylpyrrolidone and of fruit juices with decolorizing carbon.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode ausgearbeitet zum Nachweis und zur Bestimmung der Aethylen-diammin-tetraessigsäure in Lebensmitteln. Sie besteht in der Bildung eines rosagefärbten Kobalt-III-Chelates, welches eine kolorimetrische Bestimmung erlaubt, nach Entfärbung von Wein mit Polyvinylpyrrolidon, von Fruchtsäften mit Aktivkohle unter gut definierten Bedingungen.